

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-033222

(43)Date of publication of application : 13.02.1991

(51)Int.Cl.

D01F 9/14

D01F 9/145

(21)Application number : 01-165486

(22)Date of filing : 29.06.1989

(71)Applicant : TONEN CORP

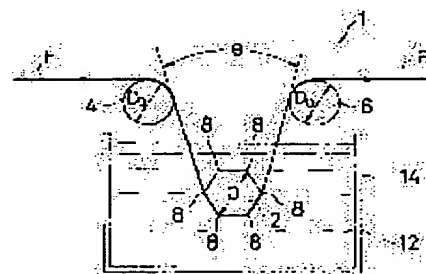
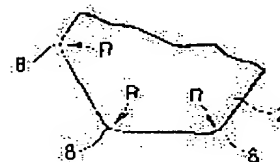
(72)Inventor : KOMINE KIKUJI
MIYAZAKI MAKOTO
FUSESHIRO SHIYUUJI
OMAE HIROMOTO
OTANI TOMOYA

(54) OPENING ROLLER FOR CARBON FIBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject roller capable of producing a carbon fiber free from fluff and exhibiting excellent physical properties in high efficiency while inhibiting the agglutination and welding of constituent filaments by forming a plurality of round edges on the outer circumference of a roller along the axial line and winding a fiber bundle around the circumference of the roller.

CONSTITUTION: A fiber bundle F is guided from a guide roller 4 to another guide roller 6 with an opening roller 2 having a maximum diameter D of preferably 5-200mm. The edge part 8 is rounded at a radius R of 5-35mm and the winding angle θ is adjusted to $\leq 270^\circ$ to obtain the objective roller opening apparatus.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-33222

⑬ Int.Cl.⁵

D 01 F 9/14
9/145

識別記号

5 1 1

庁内整理番号

7199-4L
7199-4L

⑭ 公開 平成3年(1991)2月13日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 炭素繊維開繊ローラ

⑯ 特 願 平1-165486

⑰ 出 願 平1(1989)6月29日

⑱ 発 明 者 小 峰 喜 久 治 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1-3-1 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

⑲ 発 明 者 宮 崎 誠 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1-3-1 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

⑳ 発 明 者 伏 代 周 司 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1-3-1 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

㉑ 発 明 者 御 前 博 元 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1-3-1 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

㉒ 出 願 人 東 燃 株 式 会 社 東京都千代田区一ツ橋1丁目1番1号

㉓ 代 理 人 弁 理 士 倉 橋 暎

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

炭素繊維開繊ローラ

2. 特許請求の範囲

1) 繊維束を巻き付ける外周面に軸線方向に沿って複数の角部が形成され、該角部の先端は丸みを有することを特徴とする炭素繊維開繊ローラ。

2) 角部先端の丸みは半径が5～35mmの圆弧形状とされる請求項1記載の炭素繊維開繊ローラ。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、一般には炭素繊維(本明細書にて「炭素繊維」とは特に明記しない場合には炭素繊維のみならず黒鉛繊維をも含めて使用する。)の製造方法に関するものであり、特に、炭素質ピッチから融着若くない高品質の炭素繊維を製造する

際に好適に使用される開繊ローラに関するものである。

従来の技術

現在、レーヨン系やPAN系の炭素繊維並びにピッチ系炭素繊維は種々の技術分野にて広く使用されるに至り、特に、石油系ピッチ、石炭系ピッチ等の炭素質ピッチから製造されるピッチ系炭素繊維は、レーヨン系やPAN系の炭素繊維に比較して炭化収率が高く、弾性率等の物理的特性も優れており、更に低コストにて製造し得るという利点を有しているために近年注目を浴びている。

現在、ピッチ系炭素繊維は、

(1) 石油系ピッチ、石炭系ピッチ等から炭素繊維に適した炭素質ピッチを調整し、該炭素質ピッチを加熱溶解して紡糸機にて紡糸し、集束してピッチ繊維束を製造し、

(2) 前記ピッチ繊維束を不融化炉で酸化性雰囲気下にて200～350℃まで加熱して不融化し、

(3) 引き絞って、該不融化された繊維束を予備

炭化炉で不活性雰囲気下にて500～1500℃まで加熱して予備炭化し、

(4) 次いで、予備炭化された繊維束を焼成炉で不活性雰囲気下にて1500～2000℃まで加熱して炭化して、更には3000℃まで加熱して黒鉛化すること、

により製造されている。

発明が解決しようとする課題

しかしながら、炭化或いは黒鉛化(本明細書では特に明記しない場合には炭化、黒鉛化を含めて「焼成」という。)処理された炭素繊維は、前の工程にて使用された集束剤、サイジング剤などの油剤によって、又、熱処理時に発生する分解ガスによって、更にはビッチ繊維自体が有している成分によって、炭素繊維を構成している100～100000本の単糸(フィラメント)が互いに融着したり、或いは膠着したりしており、炭素繊維の物性低下、複合材料とした場合の均質性の低下などを生ぜしめる原因となっていることが分かっている。

開繊ローラの外周面に軸線方向に沿って複数の角部を形成し、該外周面に炭素繊維を巻き付けることによって炭素繊維の開繊作業を相当に緩和することができ、得られた炭素繊維の毛羽立ちを著しく減少することができることを見出した。又、角部の先端は、巻き付けられた炭素繊維を切断しないように丸みが形成されることが重要である。

本発明は斯る新規な知見に基づきなされたものである。

従って、本発明の目的は、各フィラメント間に膠着及び融着のない、しかも毛羽立ちを著しく減少して開繊することができ、それによって優れた物性を示す炭素繊維を得ることのできる開繊ローラを提供することである。

課題を解決するための手段

上記目的は本発明に係る開繊ローラにて達成される。要約すれば本発明は、繊維束を巻き付ける外周面に軸線方向に沿って複数の角部が形成され、該角部の先端は丸みを有することを特徴とする炭素繊維開繊ローラである。好ましくは、角部

本明細書にて「融着」とは複数本のフィラメントが一つの組織を形成する程度に結合し一体化した状態を意味し、「膠着」とは複数本のフィラメントが単に接触した状態にて結合しており、各フィラメントの組織は一体化せず別々に存在している状態を意味する。

このような問題を解決するために、焼成された炭素繊維を複数個のローラの間を通して強制的に屈曲せしめ機械的に炭素繊維の融着或いは膠着を解除するローラ開繊方法が一般に採用されている。

斯るローラ開繊方法にて使用される開繊ローラは、通常直径5～35mmの円形断面のローラとされる。このような開繊ローラを使用して、焼成された炭素繊維を開繊するには、炭素繊維を相当強く屈曲させる、即ち「しごく」ことを必要とし、炭素繊維にとって好ましくない毛羽立ちが発生した。

本発明者らは、上記従来の開繊方法の問題点を解決するべく多くの研究実験を行なった結果、開

先端の丸みは半径が5～35mmの湾曲形状とされる。又、開繊ローラは、好ましくは4～30の角部を有した多角形のローラ、或いは歯車形状とされる。

実施例

次に、本発明に係る開繊ローラを図面に即して更に詳しく説明する。

第1図を参照すると、本発明の一実施例に係る開繊ローラを使用したローラ開繊装置が概略図示される。

本実施例によると、ローラ開繊装置1は、少なくとも1個の、本実施例では1個の開繊ローラ2と、開繊ローラ2へと繊維束Fを導くために該開繊ローラ2の上方に配置された入口案内ローラ4と、開繊ローラ2から繊維束Fを引き取るために該開繊ローラ2の上方に配置された出口案内ローラ6とを有する。

このようなローラ開繊装置1に導入され、開繊作業を受ける繊維束Fとしては、焼成された炭素繊維であってもよく、場合によっては、不融化工

程或いは予備炭化工程を終えた繊維束であってもよい。

本発明に従えば、開繊ローラ2は繊維束Fが巻き付けられる外周面に軸線方向に沿って複数の角部8が形成される。本実施例で開繊ローラ2は、断面形状が六角形のローラとされ、従って角部8は六角形ローラの各辺部が交差する角部とされる。ただし、各角部8は、巻き付けられた繊維束Fを切断しないように、その先端部には丸みが形成される。好ましくは、該角部先端の丸みは、第2図に図示されるように、半径Rが5～35mmの湾曲形状に形成される。

断る開繊ローラ2は、固定した状態で使用することもでき、又、繊維束Fと同じ速度で或いは異なる速度で回転させることもできる。又、開繊ローラ2は、ローラ軸線と水平方向に、或いはローラ軸線に対して垂直方向に振動させながら開繊操作を行なってもよい。

又、開繊ローラ2の最大外径Dは5～200mm

され、予備炭化工程及び焼成工程後の開繊においては、水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液、好ましくは0～80℃、5～50%の水酸化ナトリウム水溶液が使用される。必要に応じて、貯槽14内に超音波装置を設置し、開繊液12に15～100キロヘルツの超音波振動を与えることもできる。

上記実施例では、案内ローラ4、6は円形断面のローラであるとして説明したが、第3図に図示されるように、開繊ローラ2と同じ形状の、本実施例では六角形のローラを使用することもできる。このとき案内ローラ4、6は、固定した状態で使用することもでき、又、繊維束Fと同じ速度で或いは異なる速度で回転させることもできる。

更に、本発明の開繊ローラ2は、第4図に図示されるように、複数の突起10を有した歯車形状に形成することもできる。本実施例にて突起10は、8個形成され、従って角部8は12個形成されることとなる。つまり、12角形ローラと同等

mが好適であり、好ましくは断面形状は4～30角形とされる。又、角部8の先端には丸みが形成され、好ましくは上述したように半径Rが5～35mmとされる湾曲形状とされる。更に、限定されるものではないが、巻き付け角度(θ)は270度より小さくされるのが好適である。

案内ローラ4、6は、任意の径のローラを使用することができ、通常直径(Dφ)は40～200mm程度のローラとされる。開繊ローラ2及び案内ローラ4、6は、任意の材料にて形成し得るが、ステンレス鋼にて作製されるのが好ましい。

更に、開繊ローラ2は、第1図に一点鎖線で図示されるように、開繊液12が貯溜された貯槽14内に配置されるのが好適である。開繊液12は、開繊ローラ2による開繊作用によって繊維束より除去された膠着原因物質及び繊維束に付着している油剤を溶解し易い溶液が好適であり、不炭化工程後の開繊においては、水とエタノールを50/50(重量%)の割合で混合した溶液が使用

の効果を有している。又、角部8は、第2図に図示される実施例と同様に、半径Rが5～35mm程度にて丸くされるのが好ましい。

以下、本発明に係る開繊ローラを実施例について更に詳しく説明する。

実施例1

炭素繊維の製造に使用するピッチ繊維を製造するに当り、光学的異方性相を約55%含有し、炭化点が232℃である炭素質ピッチを前駆体ピッチとして使用した。この前駆体ピッチを遠心分離により光学的異方性相の多いピッチと光学的等方性相の多いピッチとを連続的に分離し、それぞれ抜き出した。

得られた光学的異方性相を多く含むピッチは、光学的異方性相を98%含み、軟化点は285℃、キノリン不溶分は29.5%であった。該炭素繊維用ピッチを500孔の紡糸口金を有する熔融紡糸機(ノズル孔径：直径0.3mm)に通し、355℃で200mmHgの真空ガス圧で押し出して紡糸した。

紡糸した500本のフィラメントはエアーサuckerで略集束してオイリングローラに導き、糸に対して約0.2重量%の割合で集束用油剤を供給し、500フィラメントから成るビッチ繊維束を形成した。油剤としては、25℃における粘度が14cstのメチルフェニルポリシロキサンを使用した。

該ビッチ繊維束は、ノズル下部に設けた高速で回転する直径210mm、幅200mmのステンレス鋼製のポビンに巻き取り、約500m/分の巻き取り速度で10分間紡糸した。ポビン1回転当たりのトラバースのビッチは10mm/1回転であった。紡糸の間に糸切れは発生しなかった。

次いで、ビッチ繊維束を巻いた前記ポビン6個を解舒し、そしてオイリングローラを使用して耐熱性油剤を付与しながら合糸し、3000フィラメントから成るビッチ繊維束を形成し、他のステンレス製ポビンに巻取った。

合糸時に油剤としては25℃で40cstのメ

あった。この炭素繊維Fの膠着度は19%であった。

本明細書にて、膠着度(%)は、3000フィラメントから成る繊維束を3mm幅に切り取り、これをエタノールに浸漬し、30秒間エアーを吹込み、その後顕微鏡下で20倍の倍率で膠着しているフィラメントの総本数(N)を数えることにより次の式にて求められる。

$$\text{膠着度} = (N / 3000) \times 100 (\%)$$

又、該炭素繊維についてJIS-R-D601に規定する樹脂含浸ストランド試験法により樹脂含浸ストランドの引張強度を測定した結果そのストランド強度は320Kg/mm²であった。

比較例1

開繊ローラ2として、直径(D)が100mmの断面が円形のローラを使用した以外は、実施例1と同様の構成にて且つ同じ炭素繊維を用いて開繊を行なった。

このようにして得られた炭素繊維Fの膠着度は65%であった。

メチルフェニルポリシロキサン(フェニル基含有量45モル%)を使用した。付与量は糸に対し0.5%であった。

上述にて製造されたビッチ繊維束Fを、通常の態様にて最高温度310℃にて不融化し、最高温度1100℃にて予備炭化し、且つ最高温度2500℃にて焼成し炭素繊維Fとした。

炭素繊維Fは、第1図に図示されるローラ開繊装置1に0.7mm/mmにて通糸した。繊維束Fには200gのテンションがかけられた。

開繊ローラ2は、六角形の多角形ローラとされ、その最大直径(D)は100mmであり、巻き付け角度(θ)は180度であった。又、角部8の先端丸み半径Rは15mmとされた。

又、本実施例では開繊ローラ2は開繊液12を有する貯槽14内に配置され、開繊液12としては、60℃、濃度30%(重量)の水酸化ナトリウム水溶液を使用した。

このようにして開繊処理された炭素繊維Fは、膠着が除去(脱膠着)され、しなやかなもので

更に、この炭素繊維についてJIS-R-D601に規定する樹脂含浸ストランド試験法により樹脂含浸ストランドの引張強度を測定した結果そのストランド強度は280Kg/mm²であった。

発明の効果

以上説明したように、本発明に係る開繊ローラを使用して炭素繊維の開繊を行なえば、各フィラメント間に膠着及び融着のない、且つ毛羽立ちのない優れた物性を示す炭素繊維を効率的に製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の開繊ローラを使用した開繊装置の一実施例の概略構成図である。

第2図は、第1図の開繊ローラの部分拡大正面図である。

第3図は、本発明の開繊ローラを使用した開繊装置の他の実施例の概略構成図である。

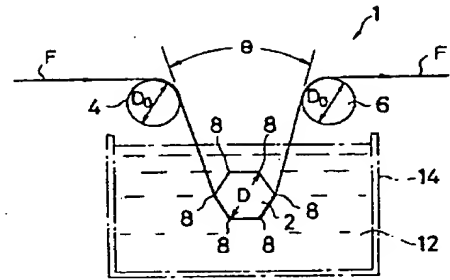
第4図は、開繊ローラの他の実施例の正面図で

ある。

第5図は、第4図の開織ローラの部分拡大正面図である。

- 1 : ローラ開織装置
- 2 : 開織ローラ
- 4、6 : 案内ローラ
- 8 : 角部
- 10 : 突起
- 12 : 開織槽

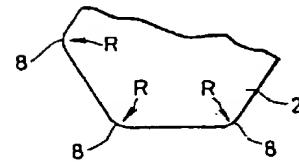
第1図



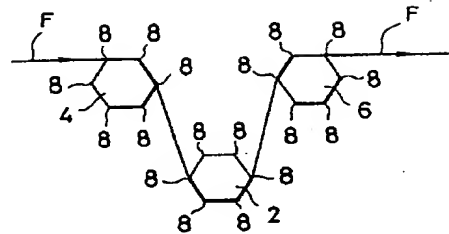
代理人 弁理士 倉 橋 暎



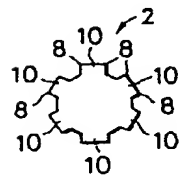
第2図



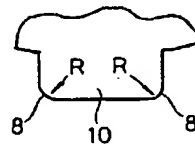
第3図



第4図



第5図



特開平3-33222(6)

第1頁の続き

⑦発明者 大谷 知也 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1-3-1 東亜燃料工業株式会社総合研究所内